

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-285457

(43)Date of publication of application : 03.10.2002

(51)Int.Cl.

D04H 1/42
 D01F 9/145
 D04H 1/64
 D04H 1/72
 D06C 11/00

(21)Application number : 2001-088628

(71)Applicant : OSAKA GAS CO LTD

(22)Date of filing : 26.03.2001

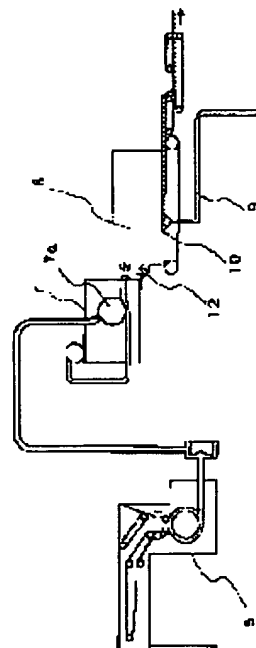
(72)Inventor : MACHINO FUMIKAZU
MITSUTA SUSUMU

(54) METHOD FOR PRODUCTION OF PITCH-BASED EXTRA FINE CARBON FIBER FELT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for pitch-based extra fine carbon fiber felt, with which a carbon fiber felt is simply and continuously produced even in an extra fine carbon fiber.

SOLUTION: A mat-form extra fine carbon fiber obtained continuously through a spinning process, an infusibilizing process and a carbonizing process is successively sent to a felting process while being opened without staying or storing the opened extra fine carbon fiber to produce the pitch-based extra fine carbon fiber felt. In the method, the mat-form extra fine carbon fiber may be opened by an opening machine 7 equipped with a rotary drum. In the felting process, the carbon fiber may be piled in a cottony state while supplying the opened extra fine carbon fiber to a fiber collection part 8 and spraying a solution of a binder resin on the fiber collection part 8. The solution of the binder resin may be sprayed in 1-30 μ m average droplet diameter on the extra fine carbon fiber having 0.3-10 μ m average fiber diameter.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-285457

(P 2 0 0 2 - 2 8 5 4 5 7 A)

(43) 公開日 平成14年10月3日 (2002.10.3)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テコード (参考)
D04H 1/42		D04H 1/42	E 3B154
D01F 9/145		D01F 9/145	4L037
D04H 1/64		D04H 1/64	Z 4L047
1/72		1/72	
D06C 11/00		D06C 11/00	A
審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 8 頁)			

(21) 出願番号 特願2001-88628 (P 2001-88628)

(22) 出願日 平成13年3月26日 (2001.3.26)

(71) 出願人 000000284

大阪瓦斯株式会社

大阪府大阪市中央区平野町四丁目1番2号

(72) 発明者 町野 史和

大阪市中央区平野町四丁目1番2号 大阪
瓦斯株式会社内

(72) 発明者 光田 進

大阪市中央区平野町四丁目1番2号 大阪
瓦斯株式会社内

(74) 代理人 100090686

弁理士 鍛田 充生

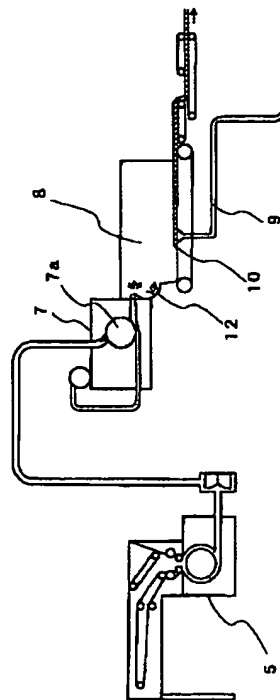
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ピッチ系極細炭素繊維フェルトの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 極細炭素繊維であっても、簡便に効率よく炭素繊維フェルトを連続的に製造する。

【解決手段】 紡糸工程、不融化工程及び炭化工程を連続的に経て得られたマット状極細炭素繊維を開繊しつつ、開繊した極細炭素繊維を滞留又は貯留することなく、フェルト化工程に連続的に供して、ピッチ系極細炭素繊維フェルトを製造する。前記方法において、回転ドラムを備えた開繊機7でマット状極細炭素繊維を開繊してもよい。前記フェルト化工程において、開繊した極細炭素繊維を集綿部8に供給しつつ、前記集綿部8にバインダー樹脂溶液を噴霧しながら、前記炭素繊維を綿状に堆積してもよい。また、平均繊維径0.3～10μmの極細炭素繊維に対してバインダー樹脂溶液を平均液滴径1～30μmで噴霧してもよい。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 紡糸工程、不融化工程及び炭化工程を連続的に経て得られたマット状極細炭素繊維を開繊しつつ、開繊した極細炭素繊維を滞留又は貯留することなく、フェルト化工程に連続的に供するピッチ系極細炭素繊維フェルトの製造方法。

【請求項 2】 回転ドラムを備えた開繊機でマット状極細炭素繊維を開繊する請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】 マット状極細炭素繊維を粗開繊した後、得られた極細炭素繊維集合体をさらに開繊する請求項 1 記載の方法。

【請求項 4】 フェルト化工程において、開繊した極細炭素繊維を集綿部に供給しつつ、前記集綿部にバインダー樹脂溶液を噴霧しながら、前記炭素繊維を綿状に堆積する請求項 1 記載の方法。

【請求項 5】 極細炭素繊維が異方性ピッチから得られた炭素繊維である請求項 1 記載の方法。

【請求項 6】 平均繊維径 $0.3 \sim 10 \mu\text{m}$ の極細炭素繊維に対してバインダー樹脂溶液を平均液滴径 $1 \sim 30 \mu\text{m}$ で噴霧する請求項 4 記載の方法。

【請求項 7】 紡糸工程、不融化工程及び炭化工程を連続的に経て得られた均一な密度を有するマット状極細炭素繊維を開繊しつつ、開繊した極細炭素繊維を滞留又は貯留することなく、フェルト化工程に連続的に供する炭素繊維フェルトの製造方法であって、紡糸工程において、異方性ピッチの溶融物をメルトブロー紡糸法によって一定の速度で吐出して紡糸し、フェルト化工程において、前記マット状極細炭素繊維を粗開繊した後、滞留又は貯留することなく、爪状突起部を有する回転ドラムを備えた開繊機で開繊した炭素繊維を集綿部に供給しつつ、前記集綿部にバインダー樹脂溶液を噴霧しながら、前記炭素繊維を綿状に堆積させて搬送するピッチ系極細炭素繊維フェルトの製造方法。

【請求項 8】 請求項 1 記載の方法で得られた炭素繊維フェルト。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、ピッチ系極細炭素繊維フェルトの製造方法、及びこの製造方法で得られた炭素繊維フェルトに関する。

【0002】

【従来の技術】 ピッチ系炭素繊維フェルトは、通常、原料ピッチからロール状ピッチ系極細炭素繊維を製造した後、得られたピッチ系炭素繊維をバインダー樹脂で接合して製造する。

【0003】 具体的には、図 2 に示すように、原料ピッチを紡糸機 1 に供給し、紡糸機 1 で溶融紡糸して得られたピッチ系繊維を集綿部 2 で集綿し、コンベア搬送方式不融化炉 3 のコンベア上に載置し、不融化炉 3 内 ($200 \sim 350^\circ\text{C}$ 程度の空気中) をコンベアで移動しつつ不

融化し、焼成炉 4 で炭化処理して、ロール状炭素繊維を得る。次に、図 3 に示すように、ロール状炭素繊維を粗開繊機に供給し、粗開繊機で解きほくして (粗開繊して) 得られた炭素繊維集合体を、リザーブトランク 6 に供給し、一時的に滞留又は貯留する。リザーブトランク 6 は、炭素繊維集合体を滞留するための空間を有するとともに、開繊機への入口の流路が狭まった構造を有している。リザーブトランク 6 に貯留された炭素繊維集合体は、フィードローラー (図示せず) によって定量的に開繊機へ供給される。炭素繊維集合体を、開繊機 7 のガーネットシリンダー 7a (鋸刃状ワイヤーを捲いたシリンダー) で開繊した後、集綿部 8 に供給し、サクションフード 9 によって吸引されたコンベア上に吸引落下させ、堆積させる。堆積した綿状炭素繊維 10 はコンベアで噴霧チャンパー 11 に搬送され、噴霧チャンパー 11 内で噴霧機 12 によりバインダー液を噴霧される。さらに、バインダーが付着した綿状炭素繊維 10 は、加工工程に供され、所望の厚みに折り畳まれた後、加熱成形される。

【0004】 このような方式では、粗開繊された不均一な密度を有する炭素繊維集合体を、開繊機 7 に安定して供給するために、リザーブトランク 6 に一時的に滞留している。この方法は、平均繊維径の大きな通常の炭素繊維では、円滑にフェルト化できる。しかし、この方式を極細炭素繊維に適用すると、リザーブトランク 6 内で徐々に圧密化され、フィードローラー (フィードローラー) への供給口で閉塞し、円滑に供給できなくなる。

【0005】 WO98/38140 号公報には、縮合多環炭化水素を重合して得た異方性ピッチを加熱溶融し、この溶融物を紡糸ノズルから吐出させるとともに、前記紡糸ノズルの周囲から前記溶融物の吐出方向と同方向に加熱ガスを噴出させることによって紡糸する紡糸工程と、紡糸した繊維を不融化した後、 550°C 以上、 800°C 未満の温度で炭化処理して非電食性炭素繊維を作製する炭素繊維作製工程と、熱硬化性樹脂を噴霧しながら、前記非電食性炭素繊維を平面上に綿状に堆積する噴霧堆積工程と、噴霧堆積した炭素繊維を加熱成形する加熱成形工程とを備える吸音断熱材の製造方法が開示されている。

【0006】 この文献では、噴霧堆積工程における炭素繊維の開繊方法としては、ネット等で捕集した炭素繊維を空気を吹きつける方法等で開繊する方法が記載されている。しかし、このような方法では、空気吹き付けにより開繊するため、開繊効率を改善できないだけでなく、極細炭素繊維を定量的に供給しつつ、連続的にフェルト化することが困難である。特に、厚みの大きな極細炭素繊維フェルトを高い均一性で連続的に製造するのが困難である。また、均一性を高めるため、開繊した炭素繊維を秤量しつつ、バインダー樹脂溶液を噴霧することも考えられる。しかし、極細炭素繊維は、嵩高いため、秤量

方式では精密な定量供給は困難である。例えば、炭素繊維は秤量値約 100 g に対して、秤の風袋は 10 kg であるため、装置自体の振動などによる誤差が大きい。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は、極細炭素繊維であっても簡便に効率よく炭素繊維フェルトを連続的に製造できる方法を提供することにある。

【0008】本発明の他の目的は、厚みが大きくても均一性及び接合強度に優れた極細炭素繊維フェルトを連続的に製造できる方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記課題を解決するため鋭意検討を重ねた結果、紡糸工程からフェルト化工程に至る炭素繊維フェルトの製造工程を連続工程とし、フェルト化工程において開織した極細炭素繊維を滞留又は貯留することなくフェルト化工程に供することにより、均一なピッチ系極細炭素繊維フェルトを簡便に効率よく製造できることを見出した。

【0010】すなわち、本発明のピッチ系極細炭素繊維フェルトの製造方法は、紡糸工程、不融化工程及び炭化工程を連続的に経て得られたマット状極細炭素繊維を開織しつつ、開織した極細炭素繊維を滞留又は貯留することなく、フェルト化工程に連続的に供する。前記方法において、回転ドラムを備えた開織機でマット状極細炭素繊維を開織してもよい。また、前記マット状極細炭素繊維を粗開織した後、得られた極細炭素繊維集合体をさらに開織してもよい。前記フェルト化工程において、開織した極細炭素繊維を集綿部に供給しつつ、前記集綿部にバインダー樹脂溶液を噴霧しながら、前記炭素繊維を綿状に堆積してもよい。前記極細炭素繊維は、異方性ピッチから得られた炭素繊維であってもよい。前記フェルト化工程において、平均繊維径 0.3~10 μm の極細炭素繊維に対してバインダー樹脂溶液を平均液滴径 1~30 μm で噴霧してもよい。

【0011】本発明には、前記方法で得られた炭素繊維フェルトも含まれる。

【0012】なお、本明細書において、「炭化」とは「黒鉛化」をも包含し、黒鉛（グラファイト）構造を有していなくても「炭化」ということがある。

【0013】

【発明の実施の形態】【ピッチ系極細炭素繊維フェルトの製造方法】以下に、必要に応じて添付図面を参照しつつ本発明のピッチ系極細炭素繊維フェルトの製造方法を詳細に説明する。

【0014】本発明のピッチ系極細炭素繊維フェルトの製造方法は、極細繊維を生成するための紡糸工程と、繊維の融着を防止するための不融化工程と、不融化处理された極細繊維を炭化处理する炭化工程と、炭化工程で得られたマット状極細炭素繊維をバインダー樹脂で接合し

て炭素繊維フェルトを製造するフェルト化工程とを含んでいる。本発明では、前記紡糸工程から前記フェルト化工程に至るまで連続的に行われる。

【0015】（紡糸工程）紡糸工程では、原料ピッチを溶融紡糸してピッチ系繊維を得る。

【0016】原料ピッチとしては、石油系又は石炭系ピッチ等が使用でき、例えば、等方性ピッチであってもよいが、極細炭素繊維を製造する場合は、通常、異方性ピッチが使用される。異方性ピッチは、縮合多環炭化水素（例えば、ナフタレン、アントラセン、フェナントレン、アセナフテン、アセナフチレン、ピレン等）¹を重合して得られた異方性ピッチであってもよい（特開昭 63-146920 号公報参照）。

【0017】溶融紡糸方法としては、慣用の方法が使用でき、例えば、加熱溶融した原料ピッチを紡糸ノズルから吐出させるとともに、紡糸ノズルの周囲から加熱ガスを噴出させるメルトブロー紡糸法を用いることができる。

【0018】メルトブロー紡糸法において、原料ピッチの溶融温度は、原料ピッチの軟化点より高い温度であればよく、原料ピッチの種類によって異なるが、例えば、200~400℃、好ましくは 250~370℃、さらに好ましくは 280~350℃程度である。加熱ガスの噴出方向は、溶融ピッチの吐出方向と同じ方向（吐出方向と平行な方向）であってもよい。加熱ガスの噴出は、吐出物が直ちに冷却されるのを防止し、繊維の長さを調整する。加熱ガスの温度は、前記溶融温度と同程度の温度でよい。紡糸ノズルの直径は、所望の炭素繊維径によって適宜選択することができ、通常、目的の炭素繊維径よりも小さめの直径でよい。極細繊維は例えば、紡糸ノズルの吐出口の直径を 0.2~0.5 mm 程度とし、ピッチの加熱溶融温度や吐出速度、加熱ガスの温度や噴出速度を調整することにより得られる。

【0019】本発明の製造方法における全工程は、連続工程で行われるので、紡糸ノズルより吐出される溶融ピッチの量を一定の速度にするのが好ましく、例えば、ポンプ（例えば、ギアポンプ）によって一定の速度で紡糸ノズルに押し出して紡糸してもよい。溶融ピッチを紡糸ノズルに供給する速度は、例えば、0.1~20 g/分/ホール、好ましくは 0.2~10 g/分/ホール、さらに好ましくは 0.3~5 g/分/ホール程度である。このようにして、原料ピッチを定量的に溶融紡糸することによって、後述する不融化工程及び炭化工程を経て得られるマット状極細炭素繊維の密度（目付量）が均一となり、連続的な製造が可能となる。

【0020】（不融化工程）不融化工程では、前記紡糸工程で得られたピッチ系繊維を、必要により通気性トレーに載置して、コンベアなどにより搬送しつつ、不融化处理する。不融化处理としては、例えば、不融化工炉において、前記ピッチ系繊維に酸化性気体を供給して加熱す

る。

【0021】酸化性気体は、酸素やオゾン等の酸化性物質を含有していればよく、特に制限されず、酸化性物質は不活性ガス（例えば、窒素、ヘリウムガス等）で希釈して用いてもよい。酸化性気体中の酸化性物質の含有量は、1～100容量%、好ましくは5～80容量%、さらに好ましくは10～50容量%程度である。酸化性気体としては、通常、酸素を含有する気体（例えば、空気）を用いる。

【0022】酸化性気体の風量は、目付量で300g/m²以下（例えば、50～300g/m²程度）の極細ピッチ系繊維に対して、例えば、風速0.01～1m/秒、好ましくは0.05～0.5m/秒、さらに好ましくは0.1～0.3m/秒程度であってもよい。

【0023】酸化性気体の温度は、不融化可能な範囲、例えば、150～350℃、好ましくは160～340℃、さらに好ましくは170～330℃程度である。不融化処理は、一定の温度条件下で行ってもよいが、通常、前記範囲内で低温から高温に徐々に温度を上昇させることにより、ピッチ系繊維を不融化する。

【0024】（炭化工程）炭化工程では、前記不融化ピッチ系繊維を通気性トレーなどに載置又は収容して搬送しつつ、焼成して炭化処理する。炭化処理としては、例えば、焼成炉において、不活性雰囲気（ヘリウム、アルゴン等の不活性ガス雰囲気）又は真空中、400～4000℃、好ましくは500～3000℃、さらに好ましくは800～2500℃程度で加熱する方法を使用できる。

【0025】炭化処理は、通常、1000～4000℃、好ましくは1500～3000℃、さらに好ましくは2000～2500℃程度の高温で加熱することにより行われ、温度2000～4000℃（好ましくは2300～3300℃）程度で黒鉛化（グラファイト化）してもよい。グラファイト化においては、グラファイト化する前に、不活性雰囲気又は真空中、400～2000℃、好ましくは500～2000℃、さらに好ましくは800～2000℃（例えば、1000～1800℃）程度で加熱して、不融化ピッチ系繊維を予め炭素化してもよい。

【0026】また、前記不融化ピッチ系繊維を賦活処理して活性炭素繊維を製造してもよい。賦活処理としては、慣用の方法が採用でき、例えば、酸素、水蒸気、二酸化炭素又はこれらの混合物等のガス状賦活剤を用いて500℃以上（例えば、500～900℃程度）の温度で加熱処理するガス賦活法や、塩化亜鉛やリン酸等の賦活剤を用いて、例えば、400℃以上（例えば、400～700℃程度）で加熱する化学的賦活法を利用できる。

【0027】このようにして得られた前記炭素繊維や活性炭素繊維は、さらに慣用の表面処理やサイジング処理

を行ってもよい。

【0028】このようにして、ピッチ系極細炭素繊維をマット状の形態で得ることができる。ピッチ系極細炭素繊維の平均繊維径は、0.3～10μm、好ましくは0.5～5μm、さらに好ましくは1～3μm程度である。また、前記炭素繊維は、平均繊維長1～200mm、好ましくは1～100mm、さらに好ましくは3～50mm程度の短繊維である。

【0029】このようにして得られたマット状ピッチ系極細炭素繊維は、均一な密度（目付）を有している。

【0030】（フェルト化工程）図1は、本発明のピッチ系極細炭素繊維フェルトの製造工程におけるフェルト化工程の一例を示す概略図である。

【0031】前記マット状ピッチ系極細炭素繊維は、コンベアで定量的に粗開繊機5に供給される。粗開繊機5で解きほぐして（粗開繊して）得られた炭素繊維集合体を、リザーブタンク内に貯留することなく、開繊機7に供給し、ガーネットシリンダー7aでさらに開繊した後、集綿部8に供給する。集綿部8では、開繊された極細炭素繊維を供給しつつ、噴霧機12でバインダー樹脂溶液を噴霧しながら、炭素繊維を綿状にコンベア状に堆積させている。コンベアは、サクショーフード9によって下方から吸引されている。堆積した綿状炭素繊維10は、コンベアで搬送され、加熱硬化して成形される。

【0032】本発明の方法では、マット状ピッチ系極細炭素繊維を開繊してフェルト化工程に供給されるため、粗開繊機5から開繊機7を経て集綿部8までの一連の工程において、極細炭素繊維が搬送又は移送路で詰まることがなく、極細炭素繊維を連続的かつ安定に供給できる。従って、本発明の方法では、リザーブタンクは不要であり、炭素繊維を移送路において一時的に滞留又は貯留する必要はない。なお、リザーブタンクを備えた設備を利用しても、リザーブタンクに炭素繊維を滞留又は貯留することなく、本発明の方法を行えば支障はない。

【0033】粗開繊機へのマット状極細炭素繊維の供給方法としては、例えば、一定速度のコンベアで搬送する方法が例示できる。マット状極細炭素繊維の供給量は、炭素繊維の目付量や幅によっても異なるが、例えば、5～1000g/分、好ましくは10～500g/分、さらに好ましくは50～300g/分程度である。コンベア速度は、前記マット状極細炭素繊維の供給量によって選定すればよいが、例えば、0.1～10m/分、好ましくは0.3～5m/分、さらに好ましくは0.5～3m/分程度である。

【0034】短繊維で構成されたマット状極細炭素繊維は、通常、前記不融化及び炭化処理での焼き縮により絡まっている場合が多い。そのため、極細炭素繊維は、開繊してフェルト化される。なお、マット状極細炭素繊維は、単一の開繊によりフェルト化してもよいが、粗開繊して炭素繊維集合体とした後、さらに開繊してフェルト

化するのが好ましい。開繊方法としては、慣用の方法を使用でき、回転ドラムを備えた開繊機、特に爪状突起部を有する回転ドラムを備えた開繊機（例えば、鋸刃状ワイヤーを巻いたシリンダー）を用いて開繊するのが好ましい。

【0035】集綿部8において、開繊された極細炭素繊維を落下させる方法は、自然落下でもよいし、空気流を利用して落下させてもよい。極細炭素繊維は軽量であるため、好ましくは空気流を利用した方法（例えば、吸引装置を用いて吸引させることにより落下させる方法）を用いることができる。

【0036】集綿部8における極細炭素繊維の供給量は、コンベア速度やバインダー樹脂溶液の濃度等によって異なり、特に限定されないが、炭素繊維の供給量は10～1000g/分、好ましくは30～500g/分、さらに好ましくは50～300g/分程度である。

【0037】本発明の方法では、慣用の方法により、集綿部で極細炭素繊維を堆積させた後、噴霧チャンパーでバインダー樹脂溶液を噴霧してもよいが、図1に示すように、開繊された極細炭素繊維の集綿部（又は集綿チャンパー）8への供給と、集綿部8にバインダー樹脂溶液を噴霧機12での噴霧とを併行して行ってもよい。すなわち、極細炭素繊維集合体を開繊して集綿部8に供給しながら、前記集綿部8にバインダー樹脂溶液を噴霧してもよく、前記集綿部8にバインダー樹脂溶液を噴霧しながら、前記集綿部8に開繊した極細炭素繊維集合体を供給してもよい。従って、集綿部8では、極細炭素繊維が浮遊し、コンベア上にまで落下する行程で、噴霧されたバインダー樹脂溶液が極細炭素繊維に付着するため、極細炭素繊維に略均一にバインダー樹脂溶液を付着することができる。このように、極細炭素繊維の集綿部への供給とバインダー樹脂溶液の噴霧とを併行して行うことにより堆積させた綿状極細炭素繊維は、厚みが大きくても、表層から内部まで均一にバインダー樹脂が浸透している。噴霧は、極細炭素繊維がコンベア上にまで落下する行程で行えばよく、噴霧する方向も特に限定されず、極細炭素繊維の供給方向に対していずれの方向でもよいが、極細炭素繊維とバインダー樹脂溶液との接触効率を高めるためには、極細炭素繊維の供給方向に対して交差方向（図中、上方、下方や斜め方向等）、特に対向方向（向流として）から噴霧するのが好ましい。

【0038】バインダー樹脂溶液の噴霧方法は、特に限定されず、慣用のスプレー（噴霧機）によって噴霧してもよいし、手動のスプレーで噴霧してもよい。連続生産が可能でかつ定量性に優れるため、通常、噴霧機で噴霧される。

【0039】本発明の方法において、バインダー樹脂溶液の液滴径は特に制限されないが、例えば、極細炭素繊維に対して小さな液滴径のバインダー樹脂溶液を噴霧して、バインダー樹脂溶液を極細炭素繊維に対して均一に

付着させてもよい。バインダー樹脂噴霧液の平均液滴径は、例えば、1～30 μ m、好ましくは2～20 μ m、さらに好ましくは3～15 μ m（特に5～15 μ m）程度である。極細炭素繊維の平均繊維径と、バインダー樹脂噴霧液の平均液滴径との割合は、前者/後者=1/20、好ましくは1/10、さらに好ましくは1/7程度である。バインダー樹脂溶液を前記液滴径で極細炭素繊維に対して噴霧することにより、極細炭素繊維であっても、バインダー樹脂溶液が炭素繊維（例えば、綿状炭素繊維）の隅々にまで浸透し、少量のバインダー樹脂溶液であっても、均一かつ接合強度の高いフェルトを得ることができる。

【0040】このような液滴径でバインダー樹脂溶液を噴霧するためには、例えば、超音波（超音波振動子など）や高速攪拌等によって溶液を微細化して噴霧してもよく、例えば、超音波振動子などの液滴微細化装置と前記噴霧機を連動して噴霧してもよい。前記液滴径でバインダー樹脂溶液を噴霧するためには、溶液の粘度は低い方が好ましく、例えば、温度20℃において、1～1000cps、好ましくは2～500cps、さらに好ましくは3～100cps程度である。

【0041】バインダー樹脂溶液を構成するバインダー樹脂としては、熱可塑性樹脂や熱硬化性樹脂等の接着剤が使用できる。熱可塑性樹脂としては、例えば、ビニル系樹脂、アクリル系樹脂、スチレン系樹脂、ポリエステル系樹脂、熱可塑性ポリウレタン系樹脂、ポリアミド系樹脂、熱可塑性エラストマー等が例示でき、特に軟性の熱可塑性樹脂（例えば、熱可塑性ポリウレタン系樹脂、アクリル系樹脂、熱可塑性エラストマー等）が好ましい。熱硬化性樹脂としては、例えば、ポリウレタン系樹脂、アミノ系樹脂、フェノール系樹脂（レゾール型、ノボラック型フェノール樹脂等）、エポキシ系樹脂（ビスフェノールA型エポキシ樹脂など）、ビニルエステル系樹脂、不飽和ポリエステル系樹脂、熱硬化性アクリル系樹脂、ポリイミド系樹脂、シリコン系樹脂等が例示できる。熱硬化性樹脂には、慣用の硬化剤を使用してもよい。

【0042】これらのバインダー樹脂のうち、熱硬化性樹脂（例えば、ポリウレタン系樹脂、フェノール系樹脂、エポキシ系樹脂等）、特にフェノール系樹脂が好ましい。

【0043】バインダー樹脂溶液を構成する溶媒としては、用いるバインダー樹脂の種類によって異なるが、慣用の溶媒を用いることができ、例えば、水、アルコール類（例えば、エタノール、イソプロパノール等）、ハロゲン化炭化水素類（例えば、塩化メチレンなど）、ケトン類（例えば、アセトン、メチルエチルケトン等）、エステル類（酢酸エチルなど）、エーテル類（例えば、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン等）、セロソルブ類（例えば、メチルセロソルブ、エチルセロソルブ

等)、芳香族炭化水素類(トルエンなど)、脂肪族炭化水素類(ヘキサンなど)、脂環族炭化水素類(シクロヘキサンなど)等やこれらの混合溶媒が例示できる。

【0044】バインダー樹脂溶液において、バインダー樹脂と溶媒の割合(重量比)は、溶媒/バインダー樹脂=99/1~50/50、好ましくは95/5~60/40、さらに好ましくは90/10~70/30程度である。

【0045】バインダー樹脂溶液の噴霧量は、濃度や炭素繊維の量、コンベア速度等によって異なり、特に限定されないが、目付量で300g/m²以下(例えば、50~300g/m²程度)の極細炭素繊維に対して、1m²当り、5~500g/分、好ましくは10~300g/分、さらに好ましくは20~100g/分程度であり、固形分換算で、1~100g/分、好ましくは2~50g/分、さらに好ましくは3~20g/分程度である。

【0046】極細炭素繊維とバインダー樹脂との割合は、固形分換算で、極細炭素繊維100重量部に対してバインダー樹脂0.1~30重量部、好ましくは0.5~20重量部、さらに好ましくは1~10重量部程度である。

【0047】バインダー樹脂が熱硬化性樹脂の場合、樹脂を熱硬化させるための温度は、熱硬化性樹脂の種類によって異なるが、通常、50~400℃、好ましくは70~300℃、さらに好ましくは100~300℃程度あり、硬化時間は、通常、1分間~24時間、さらに好ましくは1分間~10時間、さらに好ましくは3分間~1時間程度である。熱硬化性樹脂としてフェノール樹脂を用いた場合、例えば、150~300℃(特に180~270℃)程度の温度で、1~10分間(3~7分間)程度硬化させてもよい。

【0048】前記紡糸工程からフェルト化工程に至る工程では、簡便性の点から、コンベア搬送方式が汎用される。

【0049】〔炭素繊維フェルト及び成形品〕前記方法で製造された炭素繊維フェルトは、厚みの如何に拘わらず高い均一性を有している。そのため、炭素繊維フェルトの厚みは、特に制限されず、例えば、1~100mm、好ましくは5~50mm、さらに好ましくは10~30mm程度であり、嵩密度は0.1~30kg/m³、好ましくは0.5~20kg/m³、さらに好ましくは1~10kg/m³程度である。

【0050】前記炭素繊維フェルトは、均一な密度を有している。また、厚みが大きくても、バインダー樹脂が内部まで均一に浸透しているとともに、成形工程で必ずしも折り畳む必要がないため、剥離強度などの機械的特性に優れる。従って、この炭素繊維フェルトで形成された成形品は、断熱材、吸音材、緩衝材等、特に、断熱性や吸音性ととも、機械的な強度も要求される用途(例

えば、航空機、高速鉄道車両、宇宙船等の高速輸送機用吸音断熱材など)に適している。

【0051】

【発明の効果】本発明では、極細炭素繊維であっても、簡便に効率よく、炭素繊維フェルトを連続的に製造できる。また、厚みが大きくても、均一性及び接合強度に優れる極細炭素繊維フェルトを連続的に製造できる。従って、本発明では、均一性や機械的特性に優れた炭素繊維フェルトを簡便な方法で連続的に製造できるので、炭素繊維の工業的な製造に有利である。さらに、本発明の方法で得られた炭素繊維フェルトで形成された成形品は、各種の断熱材や吸音材等として有用である。

【0052】

【実施例】以下、実施例及び比較例を示し、本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0053】実施例1

ギアポンプを用いて、速度0.6g/分/ホールで紡糸ノズルに押出してメルトブロー法によって紡糸したピッチ系繊維を不融化処理後、焼成炉で炭化処理して、平均繊維径2μm、目付量100g/m²、幅1mのマット状極細炭素繊維を得た。このマット状極細炭素繊維を、図1に示す装置を用いて、コンベア速度1m/分で搬送させて、粗開繊機5に供給量100g/分で供給した。そして、15重量%フェノール樹脂溶液(溶媒:水)を50g/分で噴霧しながら、1m/分の集綿コンベア上に、極細炭素繊維を綿状に堆積させた後、硬化処理して炭素繊維フェルトを製造した。硬化温度は250℃で5分間処理した。得られた炭素繊維フェルト(厚み2.5mm)の密度は5±0.2kg/m³であった。

【0054】比較例1

従来の方法で、図2に示す装置を用いて、平均繊維径2μmのロール状極細炭素繊維を得た。このロール状極細炭素繊維を、図3に示す装置を用いて、ランダムに粗開繊機に投入し、15重量%フェノール樹脂溶液(溶媒:水)を50g/分で噴霧しながら、1m/分の集綿コンベア上に、極細炭素繊維を綿状に堆積させた後、硬化処理して炭素繊維フェルトを製造した。硬化温度は250℃で5分間処理した。得られた炭素繊維フェルトの密度は5±1kg/m³であった。また、この状態で1時間運転を継続したところ、リザーブトランク内で極細炭素繊維が圧密となって閉塞を起こし、運転不能となった。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明のピッチ系極細炭素繊維フェルトの製造方法におけるフェルト化工程を示す概略図である。

【図2】図2は、ピッチ系極細炭素繊維フェルトの製造方法における紡糸工程、不融化工程及び炭化工程を示す概略図である。

【図3】図3は、従来のピッチ系極細炭素繊維フェルト

の製造方法におけるフェルト化工程を示す概略図である。

【符号の説明】

1…溶解紡糸機

3…不融化炉

4…焼成炉

5…粗開繊機

7…開繊機

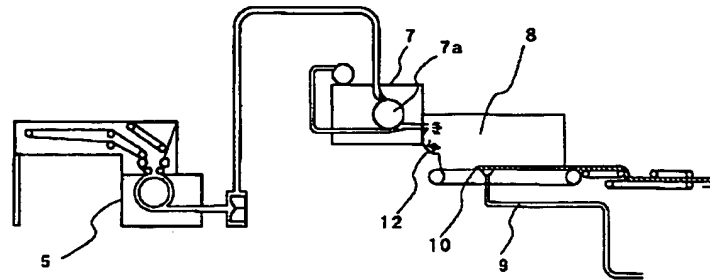
7a…ガーネットシリンダ

8…集綿部

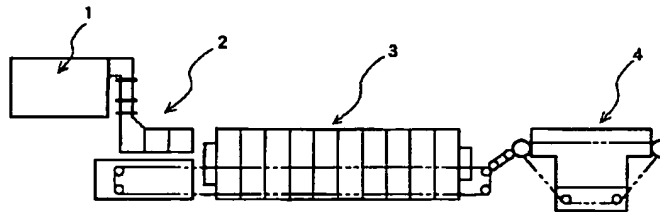
10…綿状ピッチ系炭素繊維

12…噴霧機

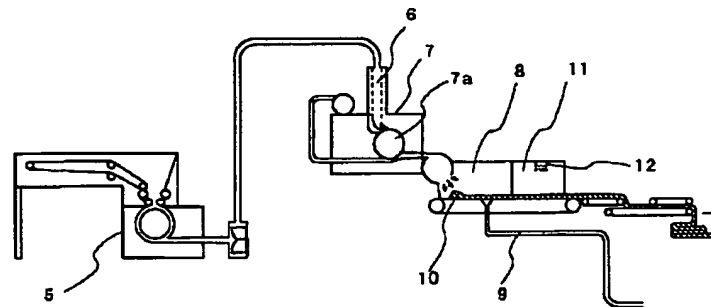
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

Fターム(参考) 3B154 AA14 AB23 BA25 BB58 BB59
BB76 BC26 BC33 BF07 DA30
4L037 AT03 AT05 CS03 FA02 FA03
FA17 PF07 PP02 PP03 PP38
UA07 UA20
4L047 AA03 AB08 BA17 BC07 BC10
BC12 BD01 CB01 CB03 CB06
EA07